(1) Veröffentlichungsnummer:

135

(12)

# EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 84110814.5

(22) Anmeldetag: 11.09.84

(5) Int. Cl.4: D 06 M 15/643 C 08 L 83/04

(30) Priorität: 13.09.83 DE 3332997

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung: 27.03.85 Patentblatt 85/13

(84) Benannte Vertragsstaaten: AT BE CH DE FR GB IT LI NL SE O Anmelder: WACKER-CHEMIE GMBH Prinzregentenstrasse 22 D-8000 München 22(DE)

(72) Erfinder: Huhn, Karl, Dr. Dipl.-Chem. Bachstrasse 16 D-8263 Burghausen(DE)

72) Erfinder: von Au, Günter, Dr. Dipl.-Chem. Rua Regina Bodra 105 Jardim dos Estados 04641 Sao Paulo(BR)

(54) Verfahren zur Imprägnierung von Textilien aus organischen Fasern.

5) Bei der Imprägnierung von Textilien aus organischen Fasem durch Auftragen von vernetzbarem Diorganopolysiloxan, Organopolysiloxan mit mindestens 3 Si-gebundenen Wasserstoffatomen je Molekül und Vernetzungskatalysator auf die zu imprägnierenden Textilien und in bekannter Weise erfolgende Vernetzung vom vernetzbaren Diorganopolysiloxan wird auf die zu Imprägnierenden Textilien zusätzlich Organo(poly)siloxan mit 1 oder 2 Si-gebundenen Wasserstoffatom(en) und 2 bis 8 Siliciumatomen je Molekül aufgetragen, wobei die Mitverwendung von Füllstoff mit einer Oberfläche von mindestens 50 m²/g in Mengen über 1 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der jeweils eingesetzten Organosiliciumverbindungen, ausgeschlossen ist.

Wacker-Chemie GMBH München, de 0 6 3 5 5 8 8 9 8 3
Dr. Ru/hu
Wa 8302-S

Verfahren zur Imprägnierung von Textilien aus organischen Fasern

Verfahren zur Imprägnierung von Textilien aus organischen Fasern durch Auftragen von vernetzbarem Diorganopolysiloxan, Organopolysiloxan mit mindestens 3 Si-gebundenen Wasserstoffatomen je Molekül und Vernetzungskatalysator auf die zu imprägnierenden Textilien und Vernetzung vom vernetzbaren Diorganopolysiloxan sind bereits bekannt. Die Vernetzung kann durch Kondensation von Si-gebundenem Wasserstoff und Si-gebundenen Hydroxylgruppen erfolgen (vgl. z. B. US 4 098 701, ausgegeben 4. Juli 1978, P. M. Burrill et al., Dow Corning Limited). Die Vernetzung kann aber auch durch Anlagerung von Si-gebundenem Wasserstoff an SiC-gebundene organische Reste mit aliphatischer Mehrfachbindung erfolgen (vgl. z. B. US 4 154 714, ausgegeben 15. Mai 1979, F. Hockemeyer et al., Wacker-Chemie GmbH).

Es bestand nun die Aufgabe, eine derartige Imprägnierung durchzuführen, ohne daß die Textilien durch die Imprägnierung einen
angenehmen Griff in unerwünscht hohem Ausmaß verlieren bzw.
den Textilien zusätzlich zu den anderen durch die Imprägnierung
verliehenen erwünschten Eigenschaften einen besonders angenehmen Griff zu verleihen, wobei der angenehme Griff und die
übrigen durch die Imprägnierung den Textilien verliehenen erwünschten Eigenschaften gegenüber Reinigung der Textilien mit
Wasser und/oder organischem Lösungsmittel beständig sind.
Diese Aufgabe wird durch die Erfindung gelöst.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Imprägnierung von Textilien aus organischen Fasern durch Auftragen von vernetzbarem Diorganopolysiloxan, Organopolysiloxan mit mindestens 3 Si-gebundenen Wasserstoffatomen je Molekül und Vernetzungskatalysator auf die zu imprägnierenden Textilien und in bekannter Weise erfolgende Vernetzung von vernetzbarem Diorganopolysiloxan, dadurch gekennzeichnet, daß auf die zu imprägnierenden Textilien zusätzlich Organo(poly)siloxan mit

1 oder 2 Si-gebundenen Wasserstoffatom(en) und 2 bis 8 Siliciumatomen je Molekül aufgetragen wird; wobei die Mitverwendung von
Füllstoff mit einer Oberfläche von mindestens 50 m²/g in Mengen
über 1 Gew.-%; bezogen auf das Gesamtgewicht der jeweils eingesetzten Organosiliciumverbindungen; ausgeschlossen ist.

US 3 697 473 (ausgegeben 10. Oktober 1972, K. E. Polmanteer et al., Dow Corning Corporation) und US 4 057 596 (ausgegeben 8. November 1977, Minoru Takamizawa, Shinetsu Chemical Company) betreffen jeweils die Mitverwendung von Organopolysiloxan mit nur 2 Si-gebundenen Wasserstoffatomen je Molekül bei der Vernetzung von Diorganopolysiloxan mit mindestens 3 Si-gebundene Wasserstoffatome je Molekül aufweisendem Organopolysiloxan durch Anlagerung von Si-gebundenem Wasserstoff an SiC-gebundene organische Reste mit aliphatischer Mehrfachbindung. Keine dieser Druckschriften erwähnt jedoch eine Behandlung von Textilien. Somit konnten diese Druckschriften auch nicht erwarten lassen, daß durch die erfindungsgemäße Maßnahme die eingangs geschilderte Aufgabe gelöst werden würde.

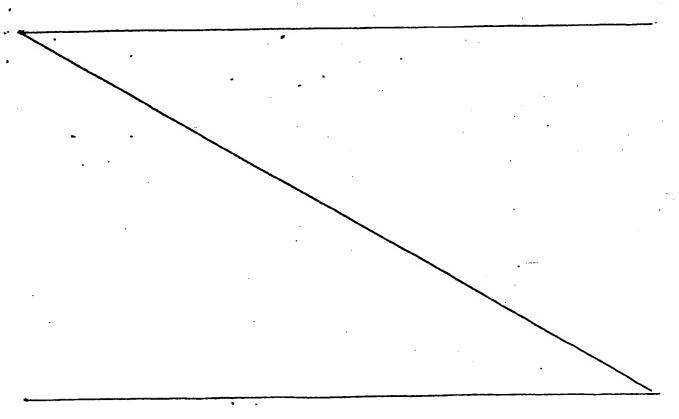
US 4 013 611 (ausgegeben 22. März 1977, W. Hechtl et al., Wacker-Chemie GmbH) betrifft zwar ebenfalls die Mitverwendung von Organo(poly)siloxan mit nur 2 Si-gebundenen Wasserstoff-atomen je Molekül bei der Vernetzung von Diorganopolysiloxan mit mindestens 3 Si-gebundene Wasserstoffatome je Molekül aufweisendem Diorganopolysiloxan durch Anlagerung von Si-gebundenem Wasserstoff an SiC-gebundene organische Reste mit aliphatischer Mehrfachbindung und diese Druckschrift erwähnt

auch die Beschichtung von Geweben. Bei dem Verfahren gemäß US 4 013 611 ist jedoch die Mitverwendung von Füllstoff mit einer Oberfläche von mindestens 50 m²/g entscheidend. Weiterhin ist dieser Druckschrift nicht zu entnehmen, daß durch Behandlung mit den dort beschriebenen Massen den Geweben ein angenehmer Griff belassen bzw. verliehen werden würde.

Gemäß dem "Textilbericht"-Referat von JA 57 171 769 (ausgegeben 22. Okt. 1982, Shinetsu Chem. Ind. KK) wird durch eine Textilausrüstung, die zusätzlich zu in den endständigen Einheiten je eine Si-gebundene Hydroxylgruppe aufweisendem Diorganopolysiloxan; Organopolysiloxan mit mindestens 3 Si-gebundenen Wasserstoffatomen je Molekül und Vernetzungskatalysator Organopolysiloxan mit 2 Si-gebundenen Wasserstoffatomen je Molekül und einer Viskosität von mindestens 10 mPa.s bei 25°C, also mit mehr als 8 Siliciumatomen je Molekül; enthält, den Textilien Elastizität und bauschiger; also angenehmer Griff verliehen. Die erfindungsgemäß behandelten Textilien haben überraschenderweise noch angenehmeren Griff.

Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren können alle gewebten, gewirkten oder gestrickten Textilien aus organischen Fasern
imprägniert werden, die auch bisher mit Organosiliciumverbindungen imprägniert werden konnten. Die organischen Fasern,
aus denen die Textilien hergestellt sind, können natürliche
oder synthetische Fasern sein. Beispiele für derartige Fasern
sind solche aus Keratin, insbesondere Wolle, Baumwolle, Rayon,
Hanf, natürlicher Seide, Polypropylen, Polyethylen, Polyester,
Polyurethan, Polyamid, Celluloseacetat und Gemische aus mindestens zwei solcher Fasern. Die Textilien können in Form von
Stoffbahnen oder von Kleidungsstücken bzw. Teilen von Kleidungsstücken vorliegen.

Wenn die Vernetzung durch Kondensation von Si-gebundenen Hydroxylgruppen erfolgen soll, ist als vernetzbares Diorganopolysiloxan solches bevorzugt, das in den endständigen Einheiten je eine Si-gebundene Hydroxylgruppe aufweist. Es können bei dem erfindungsgemäßen Verfahren als derartige Diorganopolysiloxane die gleichen, in den endständigen Einheiten je eine Si-gebundene Hydroxylgruppe aufweisenden Diorganopolysiloxane eingesetzt werden, die auch bei den bisher bekannten Werfahren zum Imprägnieren von organischen Fasern unter Verwendung von in den endständigen Einheiten je eine Si-gebundene Hydroxylgruppe aufweisendem Diorganopolysiloxan eingesetzt werden konnten. Bevorzugt als in den endständigen Einheiten je eine Si-gebundene Hydroxylgruppe aufweisende Diorganopolysiloxane



sind wiederum solche der Formel

# HO(SiR2O) H,

worin R gleiche oder verschiedene einwertige, gegebenenfalls halogenierte Kohlenwasserstoffreste bedeutet und n eine ganze Zahl mit einem solchen Wert ist, daß die durchschnittliche Viskosität dieser Diorganopolysiloxane 100 bis über 10<sup>6</sup> mPa.s bei 25°C beträgt.

Innerhalb bzw. entlang der Organopolysiloxankette der oben angegebenen Formel können, was bei derartigen Formeln üblicherweise nicht dargestellt wird, zusätzlich zu den Diorganosiloxaneinheiten, also den Einheiten der Formel R<sub>2</sub>SiO, auch andere Siloxaneinheiten vorliegen. Beispiele für solche anderen, vielfach jedoch lediglich als mehr oder weniger schwer vermeidbare Verunreinigungen vorliegenden Siloxaneinheiten sind solche der Formeln RSiO<sub>3</sub>/2, R<sub>3</sub>SiO<sub>1</sub>/2 und SiO<sub>4</sub>/2, wobei R jeweils die oben dafür angegebene Bedeutung hat. Die Menge an solchen anderen Siloxaneinheiten als Diorganosiloxaneinheiten beträgt vorzugsweise höchstens 10 %, insbesondere höchstens 5 %, der Anzahl der Siloxaneinheiten in den durch Kondensation vernetzbaren Diorganopolysiloxanen.

Vorzugsweise enthalten die Reste R und damit die SiC-gebundenen organischen Reste in den im Rahmen des erfindungsgemäßen Verfahrens eingesetzten durch Kondensation vernetzbaren Diorganopolysiloxanen 1 bis 20 Kohlenstoffatom(e) je Rest. Beispiele für Kohlenwasserstoffreste R und damit für SiC-gebundene organische Reste in den im Rahmen des erfindungsgemäßen Verfahrens eingesetzten durch Kondensation vernetzbaren Diorganopolysiloxanen sind Alkylreste, wie der

Methyl-, Ethyl-, n-Propyl- und Isopropylrest sowie Butyl-, Octvl- Tetradecyl- und Octadecylreste; Alkenylreste, wie der Vinyl- und Allylrest; cycloaliphatische Kohlenwasserstoffreste, wie der Cyclohexyl- und Cycloheptylrest sowie Cyclohexenylreste; Arylreste, wie der Phenylrest sowie Naphthylreste; Alkenylreste, wie Tolylreste; und Aralkylreste, wie der Benzylrest. Beispiele für halogenierte Kohlenwasserstoffreste R und damit ebenfalls für SiC-gebundene organische Reste in den im Rahmen des erfindungsgemäßen Verfahrens eingesetzten vernetzbaren Diorganopolysiloxanen sind der 3,3;3-Trifluorpropylrest und o-, p- und m-Chlorphenylreste. Beispiele für SiC-gebundene organische Reste in den im Rahmen des erfindungsgemäßen Verfahrens eingesetzten vernetzbaren Diorganopolysiloxanen sind weiterhin solche, die zusätzlich zu Wasserstoff- . Kohlenstoff- und Fluoratomen Ethersauerstoffatome enthalten, wie der Tetrafluorethyloxypropylrest. Insbesondere wegen der leichteren Zugänglichkeit bestehen vorzugsweise mindestens 80 % der Anzahl der Reste R und damit der SiC-gebundenen organischen Reste in den im Rahmen des erfindungsgemäßen Verfahrens eingesetzten Diorganopolysiloxanen aus Methylresten. Als durch Kondensation vernetzbare Diorganopolysiloxane können gleiche oder verschiedene Moleküle dieser Organopolysiloxanart eingesetzt werden.

Wenn die Vernetzung durch Anlagerung von Si-gebundenem Wasserstoff an SiC-gebundene organische Reste mit aliphatischer
Mehrfachbindung erfolgen soll, kann dabei jedes Diorganopolysiloxan mit aliphatische Mehrfachbindung aufweisenden SiCgebundenen organischen Resten eingesetzt werden, das auch
bei den bisher bekannten Verfahren zum Imprägnieren von organischen Fasern unter Verwendung von Diorganopolysiloxan

mit aliphatische Mehrfachbindung aufweisenden SiC-gebundenen organischen Resten und Vernetzung derartigen Diorganopolysiloxans durch Anlagerung von Si-gebundenem Wasserstoff an SiC-gebundene organische Reste mit aliphatischer Mehrfachbindung eingesetzt werden konnte. Bevorzugt sind als Diorganopolysiloxane mit aliphatischer Mehrfachbindung aufweisenden SiC-gebundenen organischen Resten solche, die durch die Formel

# CH2=CH(SiR2O)nSiR2CH=CH2

wiedergegeben werden können, wobei R' die oben für R angegebene Bedeutung hat, mit der Maßgabe, daß mindestens 99 % der Anzahl'der Reste R' frei von aliphatischer Mehrfachbindung sind, und n die oben dafür angegebene Bedeutung hat.

Alle Ausführungen über die Art der anderen Siloxaneinheiten als Diorganosiloxaneinheiten und der Reste R, die oben in Zusammenhang mit den durch Kondensation vernetzbaren Diorganopolysiloxanen gemacht wurden, gelten auch für die durch Addition vernetzbaren Diorganopolysiloxane der vorstehend angegebenen Formel.

Als durch Addtion vernetzbare Diorganopolysiloxane können gleiche oder verschiedene Moleküle dieser Organopolysiloxanart eingesetzt werden.

Als mindestens 3 Si-gebundene Wasserstoffatome je Molekül aufweisende Organopolysiloxane können auch bei dem erfindungsgemäßgen Verfahren die gleichen Organopolysiloxane mit mindestens 3 Si-gebundenen Wasserstoffatomen verwendet werden,
die bei allen bisher bekannten Verfahren zum Imprägnieren

von organischen Fasern unter Verwendung von Diorganopolysiloxan mit aliphatische Mehrfachbindung aufweisenden SiCgebundenen organischen Resten und Vernetzung derartigen
Diorganopolysiloxans durch Anlagerung von Si-gebundenem
Wasserstoff an SiC-gebundene organische Reste mit aliphatischer Mehrfachbindung einsetzbar sind. Diese Organopolysiloxane mit mindestens 3 Si-gebundenen Wasserstoffatomen
je Molekül können linear, verzweigt oder cyclisch sein.

In den mindestens 3 Si-gebundene Wasserstoffatome je Molekül aufweisenden Organopolysiloxanen sind die anders als durch Wasserstoff- und Siloxansauerstoffatome abgesättigten Siliciumvalenzen vorzugsweise durch Methyl-, Ethyl- oder Phenylreste oder ein Gemisch aus mindestens zwei solcher Reste abgesättigt.

Bevorzugt als Organopolysiloxane mit mindestens 3 Si-gebundenen Wasserstoffatomen je Molekül sind solche der Formel

$$(CH_3)_3 Sio(SiR_2^2O)_p Si(CH_3)_3$$
,

worin R<sup>2</sup> Wasserstoff oder gleiche oder verschiedene Kohlen-wasserstoffreste mit der Bedeutung Methyl, Ethyl oder Phenyl und p eine ganze Zahl im Wert von 10 bis 500 bedeutet, mit der Maßgabe, daß an ein Si-Atom jeweils nur ein Wasserstoffatom gebunden ist und daß das Verhältnis von R<sup>2</sup><sub>2</sub> SiO-Einheiten, in denen beide R Kohlenwasserstoffreste sind, zu den HR<sup>2</sup>SiO-Einheiten, in denen R<sup>2</sup> ein Kohlenwasserstoffrest ist, 0:1 bis 3:1 beträgt. Vorzugsweise bedeutet auch R<sup>2</sup> Methyl, wenn es nicht Wasserstoff ist.

Falls erwünscht, können aber auch die mindestens 3 Si-gebundenen Wasserstoffatome und die SiC-gebundenen organischen Reste in ein und demselben Molekül vorliegen.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren eingesetztes Organopolysiloxan mit mindestens 3 Si-gebundenen Wasserstoffatomen je
Molekül enthält vorzugsweise mindestens 0,1 Gewichtsprozent
Si-gebundenen Wasserstoff je Molekül dieser Organopolysiloxanart.

Auch als Organopolysiloxane mit mindestens 3 Si-gebundenen Wasserstoffatomen je Molekül können gleiche oder verschiedene Moleküle dieser Organopolysiloxanart eingesetzt werden.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren verwendetes Organopolysiloxan mit mindestens 3 Si-gebundenen Wasserstoffatomen je Molekül wird vorzugsweise in Mengen von 1 bis 10 Gewichtsteile vernetzbares Diorganopolysiloxan eingesetzt.

Wenn die Vernetzung durch Kondensation von Si-gebundenem Wasserstoff und Si-gebundenen Hydroxylgruppen erfolgen soll, wird als Vernetzungskatalysator ein Kondensationskatalysator verwendet. Dabei können beliebige Katalysatoren verwendet werden, die auch bei den bisher bekannten Verfahren zur Förderung der Kondensation von Si-gebundenen Hydroxylgruppen und Si-gebundenem Wasserstoff eingesetzt werden konnten. Beispiele für solche Katalysatoren sind insbesondere Carbonsäuresalze von Zinn oder Zink, wobei an diesen Metallen Kohlenwasserstoffreste direkt gebunden sein können, wie Di-n-butylzinndiacetat, Di-n-butylzinndilaureat, Di-n-butylzinndi-2-ethylhexoat, Di-2-ethylhexylzinndi-2-ethylhexoat und Zink-

octoate. Weitere Beispiele für Kondensationskatalysatoren sind Alkyltitanate, wie Butyltitanate, Triethanolamintitanat

sowie Zirkoniumverbindungen.

Es kann eine Art von Kondensationskatalysator verwendet werden.
Es kann aber auch ein Gemisch aus mindestens zwei verschiedenen Arten von Kondensationskatalysatoren, z. B. ein Gemisch
aus Di-n-butylzinndilaurat und Butyltitanaten, verwendet werden.

Kondensationskatalysator wird vorzugsweise in Mengen von 0,3 bis 6 Gewichtsteilen je 10 bis 90 Gewichtsteilen vernetzbaren Diorganopolysiloxans eingesetzt.

Wenn die Vernetzung durch Anlagerung von Si-gebundenem Wasserstoff an SiC-gebundene organische Reste mit aliphatischer Mehrfachbindung erfolgen soll, wird als Vernetzungskatalysator ein die Anlagerung von Si-gebundenem Wasserstoff an aliphatischer Mehrfachbindung fördernder Katalysator verwendet. Dabei können beliebige Katalysatoren verwendet werden, die auch bei den bisher bekannten Verfahren zur Förderung der Anlagerung von Si-gebundenem Wasserstoff an SiC-gebundene organische Reste mit aliphatischer Mehrfachbindung eingesetzt werden konnten. Beispiele für solche Katalysatoren sind metallisches fein verteiltes Platin, Ruthenium, Rhodium, Palladium und Iridium, wobei sich diese Metalle, jeweils auf festen Trägern, wie Siliciumdioxyd, Aluminiumoxyd oder Aktivkohle, befinden können, und Verbindungen bzw. Komplexe dieser Elemente, wie PtCl<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>PtCl<sub>5</sub>. 6H<sub>2</sub>O, Na<sub>2</sub>PtCl<sub>4</sub>.4H<sub>2</sub>O, Platin-Olefin-Komplexe, Platin-Alkohol-Komplexe, Platin-Alkoholat-Komplexe, Platin-Ether-Komplexe, Platin-Aldehyd-Komplexe, Platin-Keton-Komplexe, einschließlich Umsetzungsprodukten aus H2PtCl6 . 6H2O und Cyclohexanon, Platin-Vinylsiloxan-Komplexe, insbesondere Platin-Divinyltetramethyldisiloxan-Komplexe mit

oder ohne Gehalt an nathweisbarem anorganisch gebundenem Halogen, Bis-(gamma-picolin)-platindichlorid, Trimethylen-pyridinplatindichlorid, Dicyclopentadienplatindichlorid, Dimethylsulfoxyd-ethylenplatin(II)-dichlorid und Umsetzungs-produkte aus in 1-Octen gelöstem Platintetrachlorid und sec.-Butylamin.

Platinverbindungen bzw. Platinkomplexe sind als die Anlagerung von Si-gebundenem Wasserstoff an SiC-gebundene organische Reste mit aliphatischer Mehrfachbindung fördernde Katalysatoren bevorzugt.

Es kann eine Art von die Anlagerung von Si-gebundenem Wasserstoff an SiC-gebundene organische Reste mit aliphatischer Mehrfachbindung förderndem Katalysator verwendet werden. Es kann aber auch ein Gemisch aus mindestens zwei solcher Katalysatoren verwendet werden.

Wird als die Anlagerung von Si-gebundenem Wasserstoff an SiC-gebundene organische Reste mit aliphatischer Mehrfachbindung fördernder Katalysator Platinverbindung bzw. Platinkomplex eingesetzt, so wird derartiger Katalysator vorzugsweise in Mengen von 0,002 - 0,02 Gewichtsteilen, berechnet als elementares Platin, je 100 Gewichtsteile Organopolysiloxans mit SiC-gebundenen aliphatischen Mehrfachbindungen eingesetzt.

Auch in den Organo(poly)siloxanen mit 1 oder 2 Si-gebundenen Wasserstoffatom(en) je Molekül sind die anders als durch Wasserstoff- und Siloxansauerstoffatome abgesättigten Siliciumvalenzen vorzugsweise durch Methyl-, Ethyl- oder Phenylreste oder ein Gemisch aus mindestens zwei solcher Reste abgesättigt.

Der Methylrest ist als organischer Rest auch in den Organo(poly)-

siloxanen mit 1 oder 2 Si-gebundenen Wasserstoffatom(en) je Molekül besonders bevorzugt.

Besonders bevorzugte Beispiele für Organo(poly)siloxane mit l oder 2 Si-gebundenen Wasserstoffatom(en) mit 2 bis 8 Siliciumatomen je Molekül sind solche der Formeln

$$HSi(CH_3)_2o$$
  $\left[Si(CH_3)_2o\right]_mSi(CH_3)_2H$ ,

wobei m 0 oder eine ganze Zahl im Wert von 1 bis 6, vorzugsweise 1 bis 4, ist, also Verbindungen, die zu der Klasse der linearen Diorgano(poly)siloxane mit einem Si-gebundenem Wasserstoffatom in mindestens einer der endständigen Einheiten gehören.

Es kann eine Art von Organo(poly)siloxan mit 1 oder 2 Si-gebundenen Wasserstoffatom(en) und 2 bis 8 Siliciumatomen je Molekül verwendet werden. Es kann aber auch ein Gemisch aus mindestens zwei derartiger Organo(poly)siloxane verwendet werden.

Vorzugsweise wird Organo(poly)siloxan mit 1 oder 2 Si-gebundenen Wasserstoffatom(en) und 2 bis 8 Siliciumatomen je Molekül in Mengen von 0,2 bis 10 Gewichtsteilen je Gewichtsteil Organopolysiloxan mit mindestens 3 Si-gebundenen Wasserstoffatomen je Molekül eingesetzt.

Es wird angenommen, daß bei dem erfindungsgemäßen Verfahren auch Si-gebundene Wasserstoffatome von Organo(poly)siloxan mit 1 oder 2 Si-gebundenen Wasserstoffatom(en) und 2 bis 8 Siliciumatomen je Molekül und Si-gebundene Hydroxylgruppen von vernetzbarem Diorganopolysiloxan kondensieren bzw. dieser Si-gebundene Wasserstoff

sich an SiC-gebundene organische Reste mit aliphatischer Mehrfachbindung vom vernetzbarem Diorganopolysiloxan anlagert.

Zusätzlich zu den bisher genannten Bestandteilen können bei dem erfindungsgemäßen Verfahren weitere Stoffe mitverwendet werden. Beispiele für solche weiteren Stoffe sind, wenn die Vernetzung durch Kondensation von Si-gebundenem Wasserstoff und Si-gebundenen Hydroxylgruppen erfolgen soll, Organopolysiloxan; das zusätzlich zu Diorganosiloxaneinheiten, worin die beiden organischen Reste einwertige Kohlenwasserstoffreste sind, je Molekül mindestens zwei einwertige SiC-gebundene organische Reste mit basischem Stickstoff enthält, wie ein Umsetzungsprodukt von in den endständigen Einheiten je eine Si-gebundene Hydroxylgruppe aufweisendem Dimethylpolysiloxan mit einer Viskosität von 100 mPa.s bei 25°C mit dem Silan der Formel

$$H_2N(CH_2)_2NH(CH_2)_3Si(OCH_3)_3$$
,

wobei dieses Umsetzungsprodukt eine Aminzahl (=Anzahl der ml l-n-HCl, die zum Neutralisieren von 1 g Substrat erforderlich sind) von 3 und eine Viskosität von 40 mPa.s bei 25°C hat, (vgl. auch US 3 849 339, ausgegeben 19. November 1974, S. Nitzsche et al.) und Silane der Formel

$$R^3 SiR_a^4 X_{3-a}$$

worin R<sup>3</sup> einen einwertigen aus Kohlenstoff, Wasserstoff, Stickstoff und gegebenenfalls Sauerstoff aufgebauten SiC-gebundenen organischen Rest mit mindestens 2 Aminogruppen, R<sup>4</sup> Alkyl- oder Arylgruppen, X Alkoxy- oder Alkoxyalkylenoxygruppen mit 1 bis 14 Kohlenstoffatomen je Rest und a 0 oder 1 bedeuten und 70der deren Teilhydrolysate sowie Silane der Formel

$$R_a^5 SiX_{4-a}$$
,

worin R<sup>5</sup> Wasserstoff bedeutet oder die oben für R angegebene Bedeutung hat und X und a jeweils die oben dafür angegebene Bedeutung haben, oder deren Teilhydrolysate(vgl. z. B. US 3 962 500, ausgegeben 8. Juni 1976, Ch. Smith, Dow Corning Limited).

Auch wenn die Vernetzung durch Anlagerung von Si-gebundenem Wasserstoff an SiC-gebundene organische Reste mit aliphatischer Mehrfachbindung erfolgen soll, können bei dem erfindungsgemäßen Verfahren weitere Stoffe mitverwendet werden, wie die Anlagerung von Si-gebundenem Wasserstoff an aliphatische Mehrfachbindung bei Raumtemperatur verzögernde bzw. verhindernde Mittel, z. B. Ethinylcyclohexanol oder Maleinsäuremonoethylester, und durch Trimethylsiloxygruppen endblockiertes Diorganopolysiloxan, worin bei 0,033 bis 50 % der Anzahl der Diorganosiloxaneinheiten je eine Vinylgruppe als organischer Rest an das Siliciumatom SiC-gebunden ist, während die übrigen organischen Reste in den Diorganosiloxaneinheiten dieses Diorganopolysiloxans frei von aliphatischen Mehrfachbindungen sind, vorzugsweise mit einer Viskosität von mindestens 106 mPa.s bei 25°C. Beispiele für derartige weitere Stoffe sind auch als Haftmittel geeignete Organosiliciumverbindungen, wie die Organosiliciumverbindung, die durch 1 Stunde Erwärmen eines Gemisches aus 10 Gewichtsteilen Vinyltriacetoxysilan und 13 Gewichtsteilen des Silans der Formel

auf 200°C erhältlich ist.

Wenn als weitere Stoffe basische Stoffe mitverwendet werden, so ist es bevorzugt, gleichzeitig Säure; wie Essigsäure, mitzuverwenden, um vorzeitige Abspaltung von Si-gebundenem Wasserstoff zu vermeiden.

Die bei dem erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzten Stoffe können in unverdünnter Form oder in Form von Lösungen in organischem Lösungsmittel oder in Form wäßriger Emulsionen auf die zu imprägnierenden Textilien aufgetragen werden. Werden dabei wäßrige Emulsionen eingesetzt, so können diese Emulsionen zusätzlich zu Wasser, Dispergiermittel und dispergierten Stoffen, Verdickungsmittel, wie N-Vinylpyrrolidon, enthalten.

Das Auftragen der bei dem erfindungsgemäßen Verfahren verwendeten Stoffe auf die zu imprägnierenden Textilien kann in beliebiger für die Imprägnierung von Textilien mit flüssigen Stoffen geeigneter und vielfach bekannter Weise erfolgen, z. B. durch Tauchen; Streichen; Gießen; Sprühen, Aufwalzen, Drucken, Messer- oder Rakelbeschichtung; einschließlich derjenigen mit einem Meyer-Stab (Meyer-rod), oder mittels einer Luftbürste.

Die Vernetzung durch Kondensation von Si-gebundenem Wasserstoff und Si-gebundenen Hydroxylgruppen erfolgt bei Raumtemperatur. Sie kann durch Erwärmen auf z. B. 50° bis 180°C beschleunigt werden.

Die Vernetzung durch Anlagerung von Si-gebundenem Wasserstoff an SiC-gebundene organische Reste mit aliphatischer Mehrfach-bindung wird durch Erwärmen auf Temperaturen von vorzugsweise mindestens 110°C bewirkt. Temperaturen von 140° bis 160°C während 5 bis 80 Sekunden sind bevorzugt. Anstatt daß erwärmt wird, oder in Verbindung mit Erwärmen kann die Anlagerung auch z. B. durch Ultraviolett-Licht ausgelöst werden.

Die erfindungsgemäß imprägnierten Textilien aus organischen . . Fasern haben nicht nur einen angenehmen Griff. Sie sind viel-

mehr auch wasserdicht bzw. wasserabweisend. Außerdem kann durch die erfindungsgemäße Imprägnierung bei Keratin, insbesondere Wolle, vor allem wenn das Keratin mit Chlor vorbehandelt, gespült und neutralisiert wurde, das Schrumpfen durch Verfilzen verhindert werden.

Das in einigen der folgenden Beispiele verwendete Gemisch aus Platinkomplex und Verdünnungsmittel wurde hergestellt wie folgt:

Zu einer Mischung aus 10 Gewichtsteilen H<sub>2</sub>PtCl<sub>6</sub> . 6H<sub>2</sub>O, 20 Gewichtsteilen 1,3-Divinyl-1,1,3,3-tetramethyldisiloxan und 50 Gewichtsteilen Ethanol wurden 20 Teile Natriumbi-carbonat gegeben. Das Gemisch wurde 30 Minuten unter Rühren zum Sieden unter Rückfluß erwärmt, dann 15 Stunden stehengelassen und danach filtriert. Aus dem Filtrat wurden bei etwa 16 mbar (abs.) die flüchtigen Bestandteile abdestilliert. Der Rückstand wurde in Vinyldimethylsiloxygruppen als endständige Einheiten aufweisendem Dimethylpolysiloxan mit einer Viskosität von 1000 mPa.s bei 25°C in solcher Menge gelöst, daß die Lösung 1 Gewichtsprozent Platin, berechnet als Element, enthält.

In den folgenden Beispielen beziehen sich alle Angaben von Teilen auf das Gewicht.

#### Beispiel 1

Eine Lösung von

in

25,0 Teilen eines/den endständiger Einheiten je eine Si-gebundene Hydroxylgruppe aufweisenden Dimethylpoly- ;

siloxans mit einer Viskosität von weit über

106 mPa.s bei 25°C, nämlich mit einem im

Brabender-Plastographen bei 25°C und 60 Umdrehungen je Minute bestimmten Wert von 5400 J (ein Brabender-Plastograph ist z. B. in K. Frank "Prüfungsbuch für Kautschuk", Stuttgart, 1955, Seite 25, abgebildet),

- 0,75 Teilen eines durch Trimethylsiloxygruppen endblockierten Methylwasserstoffpolysiloxans mit einer Viskosität von 20 mPa.s bei 25°C;
- 3,0 Teilen Pentamethyldisiloxan;
- 1;0 Teilen eines Umsetzungsprodukts von in den endständigen Einheiten je eine Si-gebundene Hydroxylgruppe aufweisenden Dimethylpolysiloxan mit einer Viskosität von 100 mPa.s bei 25°C mit dem Silan der Formel

$$H_2N(CH_2)_2NH(CH_2)_3Si(OCH_3)_3$$

wobei dieses Umsetzungsprodukt eine Aminzahl (=Anzahl der ml l-n-HCl, die zum Neutralisieren von l g Substanz erforderlich sind) von 3 und eine Viskosität von 40 mPa.s bei 25°C hat, und

- 1,0 Teilen Eisessig und
- 1:0 Teilen Di-n-butylzinndiacetat in
- 68,25 Teilen Toluol

wird mittels eines Rakelmessers (Englisch: doctor blade) zweimal auf dichtgewebten Polyamid-Taft (Filamentgewebe) mit einem Gewicht von  $60 \text{ m}^2/\text{g}$  aufgetragen, wobei nach jedem Auftragen 1 Minute auf  $150^{\circ}\text{C}$  erwärmt wird. Das Gewebe hat dann eine Auflage von  $13 \text{ g/m}^2$  und besitzt einen angenehm weichen Griff.

Der Wasserdichtwert des imprägnierten Gewebes beträgt 1000 mm Wassersäule nach DIN (Deutsche Industrie Norm 53 886). Nach 5 Feinwäschen bei 30°C in einer Haushaltswaschmaschine oder 5-maliger 20-Minuten-Behandlung mit Perchlorethylen, wie sie beim Chemischen Reinigen durchgeführt wird, ist dieser Wert immer noch unverändert.

### Vergleichsversuch 1

Die in Beispiel 1 beschriebene Arbeitsweise wird wiederholt mit der Abänderung, daß kein Pentamethyldisiloxan mitverwendet wird.

Das so imprägnierte Gewebe hat hinsichtlich seiner Wasserdichtigkeit die gleichen Eigenschaften wie das gemäß Beispiel 1 imprägnierte Gewebe. Es besitzt jedoch einen deutlich härteren Griff.

#### Beispiel 2

Eine Lösung von

30,0 Teilen eines in den endständigen Einheiten je eine Si-gebundene Hydroxylgruppe aufweisenden Dimethylpolysiloxans mit einer Viskosität von weit über 10<sup>6</sup>
mPa.s bei 25°C, nämlich mit einem im BrabenderPlastographen bei 25°C und 60 Umdrehungen je
Minute bestimmten Wert von 4400 J.

- 1.0 Teilen eines durch Trimethylsiloxygruppen endblockierten Organopolysiloxans aus 25 Molprozent Dimethylsiloxaneinheiten und 75 Molprozent Methylhydrogensiloxaneinheiten mit einer Viskosität von 100 mPa.s bei 25°C,
- 2.5 Teilen 1.3-Dihydrogen-1;1.3,3-tetramethyldisiloxan,
- 0;5 Teilen des Silans der Formel

$$H_2N(CH_2)_2NH(CH_2)_3Si(OCH_3)_3$$
,

- 0,5 Teilen 1,3-Dimethyl-1,1,3,3-Tetramethoxydisiloxan,
- 1,0 Teilen Di-n-butylzinndiacetat und
- 1,0 Teilen Eisessig in
- 63,5 Teilen Xylolisomerengemisch

wird mittels eines Rakelmessers einmal auf dichtgewebtes Polyester-Filamentgewebe mit einem Gewicht von 70 g/m<sup>2</sup> aufgetragen. Nach dem Auftragen wird das imprägnierte Gewebe 1 Minute auf 150°C erwärmt. Das Gewebe hat dann eine Auflage von  $11 \text{ g/m}^2$  und besitzt einen angenehm weichen Griff.

Der Wasserdichtwert des Gewebes beträgt 1000 mm Wassersäule nach DIN 53 886. Nach 5 Feinwäschen bei 30°C in einer Haushaltswaschmaschine oder 5-maliger 20 Minuten Behandlung mit Perchlorethylen, wie sie beim Chemischen Reinigen durchgeführt wird, ist dieser Wert immer noch unverändert.

### Vergleichsversuch 2

Die in Beispiel 2 beschriebene Arbeitsweise wird wiederholt mit der Abänderung, daß kein Tetramethyldisiloxan mitverwendet wird.

Das so imprägnierte Gewebe hat hinsichtlich seiner Wasserdichtigkeit die gleichen Eigenschaften wie das gemäß Beispiel 2 imprägnierte Gewebe; besitzt jedoch einen deutlich härteren Griff.

### Beispiel 3

Eine Lösung von

- 22,0 Teilen eines in den endständigen Einheiten je eine Si-gebundene Hydroxylgruppe aufweisenden Dimethylpolysiloxans mit einer Viskosität von weit über
  10<sup>6</sup> mPa.s bei 25°C, nämlich mit einem im BrabenderPlastographen bei 25°C und 60 Umdrehungen je Minute bestimmten Wert von 3920 J,
  - 0,7 Teilen des durch Trimethylsiloxygruppen endblockierten Methylwasserstoffpolysiloxans mit einer Viskosität von 20 mPa.s bei 25°C,
  - 1,5 Teilen Pentamethyldisiloxan,
  - 1,0 Teilen des Organopolysiloxans der Formel

$$Hsi(CH_3)_20$$
  $si(CH_3)_20$   $4^{si(CH_3)_2H_2}$ 

1,0 Teilen des Umsetzungsprodukts von in den endständigen Einheiten je eine Si-gebundene Hydroxylgruppe aufweisendem Dimethylpolysiloxans mit einer Viskosi-

tät von 100 mPa.s bei 25°C mit dem Silan der Formel

 $H_2^{N(CH_2)_2^{NH(CH_2)_3}}$ si(oCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>,

wobei dieses Umsetzungsprodukt die Aminzahl 3 und die Viskosität von 40 mPa.s bei 25°C hat, als Haftmittel und

- 1,0 Teilen Eisessig und
- 1,0 Teilen Di-n-butylzinndilaurat in.

#### 71;8 Teilen Perchlorethylen

wird mittels eines Rakelmessers zweimal auf dichtgewebten Polyamid-Taft (Filamentgewebe) mit dem Gewicht von 60 g/m<sup>2</sup> aufgetragen; wobei nach jedem Auftragen 1 Minute auf 150°C erwärmt wird. Das Gewebe hat dann eine Auflage von 14 g/m<sup>2</sup> und besitzt einen angenehm weichen Griff.

Der Wasserdichtwert des imprägnierten Gewebes beträgt 1000 mm Wassersäule nach DIN 53 886. Nach 5 Feinwäschen bei 30°C in einer Haushaltswaschmaschine oder 5-maliger 20-Minuten-Be-handlung mit Perchlorethylen, wie sie beim Chemischen Reinigen durchgeführt wird, ist dieser Wert immer noch unverändert.

#### Vergleichsversuch 3

Die in Beispiel 3 beschriebene Arbeitsweise wird wiederholt mit der Abänderung, daß kein Pentamethyldisiloxan und auch kein Organopolysiloxan mit je einem Si-gebundenem Wasserstoff-atom in den endständigen Einheiten mitverwendet wird.

Das so imprägnierte Gewebe hat hinsichtlich seiner Wasserdichtigkeit die gleichen Eigenschaften wie das gemäß Beispiel 3 imprägnierte Gewebe. Es besitzt jedoch einen deutlich härteren Griff.

#### Beispiel 4

Eine Lösung von

- 18,0 Teilen eines Diorganopolysiloxans aus 99,5 Molprozent Dimethylsiloxaneinheiten und 0,5 Molprozent Vinylmethylsiloxaneinheiten mit einer Viskosität von weit über 10<sup>6</sup> mPa.s bei 25°C, nämlich mit einem im Brabender-Plastographen bei 25°C und 60 Umdrehungen je Minute bestimmten Wert von 5100 J;
- 9,0 Teilen eines Diorganopolysiloxans aus 99,95 Molprozent
  Dimethylsiloxaneinheiten und 0,05 Molprozent
  Vinylmethylsiloxaneinheiten mit einem im BrabenderPlastographen bei 25°C und 60 Umdrehungen je
  Minute bestimmten Wert von 7160 J,
- 5,0 Teilen eines Vinyldimethylsiloxyeinheiten als endständige Einheiten aufweisenden Dimethylpolysiloxans mit einer Viskosität von 20 000 mPa.s bei 25°C,
- 1,0 Teilen des durch Trimethylsiloxygruppen endblockierten
  Organopolysiloxans aus 25 Molprozent Dimethylsiloxaneinheiten und 75 Molprozent Methylhydrogensiloxaneinheiten mit einer Viskosität von 100 mPa.s
  bei 25°C,
- 4,0 Teilen des Organopolysiloxans der Formel

$$Hsi(CH_3)_2O$$
  $Si(CH_3)_2O$   $4Si(CH_3)_2H$ ,

1,0 Teilen der Organosiliciumverbindung, die durch 1 Stunde Erwärmen eines Gemisches 100 g Vinyltriacetoxysilan und 130 g des Silans der Formel

auf 200°C hergestellt wurde;

- 0,2 Teilen des Gemisches aus Platinkomplex und Verdünnungsmittel, dessen Herstellung oben beschrieben wurde, und
- 0,1 Teilen Ethinylcyclohexanol in
- 61,7 Teilen eines Alkangemisches mit einem Siedebereich von 135°C bis 180°C bei 1013 mbar (abs.)

wird mittels eines Rakelmessers zweimal auf dichtgewebten Polyamid-Taft (Filamentgewebe) mit einem Gewicht von 60 g/m aufgetragen, wobei nach jedem Auftragen 45 Sekunden auf 150°C erwärmt wird. Das Gewebe hat dann eine Auflage von 13 g/m und besitzt einen angenehm weichen Griff.

Der Wasserdichtwert des imprägnierten Gewebes beträgt 1000 mm Wassersäule nach DIN 53 886. Nach 5 Feinwäschen bei 30°C in einer Haushaltswaschmaschine oder 5-maliger 20 Minuten-Behandlung mit Perchlorethylen, wie sie beim Chemischen Reinigen durchgeführt wird, ist dieser Wert immer noch unverändert.

#### Vergleichsversuch 4

Die in Beispiel 4 beschriebene Arbeitsweise wird wiederholt mit der Abänderung, daß kein Organopolysiloxan mit je einem Si-gebundenen Wasserstoffatom in den endständigen Einheiten mitverwendet wird.

Das so imprägnierte Gewebe hat hinsichtlich seiner Wasserdichtigkeit die gleichen Eigenschaften wie das gemäß Beispiel 4 imprägnierte Gewebe. Es besitzt jedoch einen deutlich härteren Griff.

#### Beispiel 5

Eine Lösung von

- .15,0 Teilen des in Beispiel 4 als ersten genannten Bestandteils.
  - 7,5 Teilen des in Beispiel 4 als zweiten genannten Bestandteils.
  - 4,0 Teilen des in Beispiel 4 als dritten genannten Bestandteils,
  - 1.0 Teilen des durch Trimethylsiloxygruppen endblockierten Methylwasserstoffpolysiloxans mit einer Viskosität von 20 mPa.s bei 25°C.
  - 1,0 Teilen des Organopolysiloxans der Formel HSi(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>O Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>O 6Si(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>H
  - 1,0 Teilen des in Beispiel 4 als 6. Bestandteil; genannten Haftmittels;

- 0,2 Teilen des Gemisches aus Platinkomplex und Verdünnungsmittel; dessen Herstellung oben beschrieben wurde, und
- 0,1 Teilen Ethinylcyclohexanol in
- 70,2 Teilen Toluol

wird mittels eines Rakelmessers einmal auf ein Gewebe aus 50 Gewichtsprozent Baumwolle und 50 Gewichtsprozent Polyester mit einem Gewicht von 200  $g/m^2$ , wie es zur Herstellung von Arbeitsschutzkleidung verwendet wird, aufgetragen. Dann wird 45 Sekunden auf 150°C erwärmt. Das Gewebe hat dann eine Auflage von 24  $g/m^2$  und einen angenehm weichen Griff.

Der Wasserdichtwert des imprägnierten Gewebes beträgt 250 mm Wassersäule nach DIN 53 886. Nach 5 Feinwäschen bei 30°C in einer Haushaltswaschmaschine oder 5-maliger 20 Minuten-Behandlung mit Perchlorethylen, wie sie beim chemischen Reinigen durchgeführt wird, beträgt dieser Wert immer noch 200 mm.

## Vergleichsversuch 5

Die in Beispiel 5 beschriebene Arbeitsweise wird wiederholt mit der Abänderung, daß kein Organopolysiloxan mit je einem Si-ge-bundenem Wasserstoffatom in den endständigen Einheiten mitverwendet wird.

Das so imprägnierte Gewebe hat hinsichtlich seiner Wasserdichtigkeit die gleichen Eigenschaften wie das gemäß Beispiel 5 imprägnierte Gewebe. Es besitzt jedoch einen deutlich härteren Griff.

#### Beispiel 6

Eine wäßrige Dispersion, die durch Vermischen von

- 96,0 Teilen einer Methylolgruppen enthaltenden wäßrigen
  Dispersion von Mischpolymer aus Ethylen, Vinylacetat und N-Methylolacrylamid mit einem Feststoffgehalt von 45 Gewichtsprozent("Vinnapas (R)EN
  300" der Wacker-Chemie GmbH) mit
- Haftmittels und
  - 2,5 Teilen einer 30 Gewichtsprozent Mischpolymer von N-Vinylpyrroliden enthaltenden wäßrigen Lösung ("Collacral (R) VL, BASF), die als Verdickungsmittel dient.

hergestellt wurde, wird mittels eines Rakelmessers auf ein Polyestergewebe mit einem Gewicht von 154 g/m², dessen Kett-garn aus Filamentgarn und dessen Schußgarn aus Stapelfasergarn besteht, aufgetragen. Nach dem Auftragen wird durch 45 Sekunden Erwärmen auf 95°C getrocknet.

Auf das so vorbehandelte Gewebe wird mittels des Rakelmessers eine wäßrige Dispersion aufgetragen, die enthält:

- Teile eines Vinyldimethylsiloxyeinheiten als endständige Einheiten aufweisenden Dimethylpolysiloxans mit einer Viskosität von 1000 mPa.s bei 25°C,
- Teile eines Vinyldimethylsiloxyeinheiten als endständige Einheiten aufweisenden Dimethylpolysiloxans mit einer

Viskosität von 20 000 mPa.s bei 25°C,

- Teile eines durch Trimethylsiloxygruppen endblockierten Diorganopolysiloxans aus 85,7 Molprozent Dimethylsiloxaneinheiten und 14,3 Molprozent Vinylmethylsiloxaneinheiten mit einer Viskosität von 1000 mPa.s bei 25°C,
- Teile eines durch Trimethylsiloxygruppen endblockierten
  Organopolysiloxans aus 50 Molprozent Methylhydrogensiloxaneinheiten und 50 Molprozent Dimethylsiloxaneinheiten mit einer Viskosität von 120 mPa.s bei 25°C,
- 10 Teile des Organopolysiloxans der Formel

$$Hsi(CH_3)_2O[si(CH_3)_2O]_6si(CH_3)_2H,$$

- 0,2 Teile Ethinylcyclohexanol und
- 0,5 Teile des Gemisches aus Platinkomplex und Verdünnungsmittel, dessen Herstellung oben beschrieben wurde,

wobei 50 Teile einer Konzentration von 20 Gewichtsprozent in dieser Emulsion entsprechen und wobei je 9 Teile dieser Emulsion nach Zugabe von wenig wäßrigem Ammoniak mit 1 Teil einer 6 gewichtsprozentigen Dispersion von Polyacrylsäure oder Polymethacrylsäure ("Rohagit (R) SD 15", Röhm GmbH) verdickt wurden.

Auch nach diesem Auftragen wird durch 45 Sekunden Erwärmen auf 95°C getrocknet. Anschließend wird das vernetzbare Organopolysiloxan durch 2 Minuten Erwärmen auf 150°C vernetzt. Das Gewebe hat dann eine Auflage von 32 g/m $^2$  und besitzt einen angenehm weichen Griff.

Der Wasserdichtwert des Gewebes beträgt 400 mm Wassersäule nach DIN 53 886.

### Vergleichsversuch 6

Die in Beispiel 6 beschriebene Arbeitsweise wird wiederholt mit der Abänderung, daß kein Organopolysiloxan mit je einem Si-gebundenen Wasserstoffatom in den endständigen Einheiten mitverwendet wird.

Das so imprägnierte Gewebe hat hinsichtlich seiner Wasserdichtigkeit die gleichen Eigenschaften wie das gemäß Beispiel 6 imprägnierte Gewebe. Es hat jedoch einen deutlich härteren Griff.

## Patentansprüche

- 1. Verfahren zur Imprägnierung von Textilien aus organischen Fasern durch Auftragen von vernetzbarem Diorganopolysiloxan, Organopolysiloxan mit mindestens 3 Si-gebundenen Wasserstoffatomen je Molekül und Vernetzungskatalysator auf die zu imprägnierenden Textilien und in bekannter Weise erfolgende Vernetzung vom dadurch vernetzbaren Diorganopolysiloxan, gekennzeichnet, daß auf die zu imprägnierenden Textilien zusätzlich Organo(poly)siloxan mit l oder 2 Si-gebundenen Wasserstoffatom(en) und 2 bis 8 Siliciumatomen je Molekül aufgetragen wird, wobei die Mitverwendung von Füllstoff mit einer Oberfläche von mindestens 50 m /g in Mengen von über 1 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der jeweils eingesetzten Organosiliciumverbindungen, ausgeschlossen ist.
- 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Organo(poly)siloxan mit 1 oder 2 Si-gebundenen Wasserstoffatom(en) und 2 bis 8 Siliciumatomen je Molekül mindestens ein lineares Diorgano(poly)siloxan mit einem Si-gebundenem Wasserstoffatom in mindestens einer der endständigen Einheiten verwendet wird.
- 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, daß Organo(poly)siloxan gekennzeichnet; daß Organo(poly)siloxan mit 1 oder 2 Si-gebundenen Wasserstoffatom(en) und 2 bis 8 Siliciumatomen je Molekül in Mengen von 0,2 bis 10 Gewichtsteilen je Gewichtsteil Organopolysiloxan mit mindestens 3 Si-gebundenen Wasserstoffatom(en) je Molekül eingesetzt wird.



(11) Veröffentlichungsnummer:

0 135 187

**A3** 

12

### **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(21) Anmeldenummer: 84110814.5

22) Anmeldetag: 11.09.84

(5) Int. Cl.3: D 06 M 15/643

C 08 L 83/04

30 Priorität: 13.09.83 DE 3332997

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung; 27.03.85 Patentblatt 85/13

88 Veröffentlichungstag des später veröffentlichten Recherchenberichts: 17.11.88

84 Benannte Vertragsstaaten: AT BE CH DE FR GB IT LI NL SE 71) Anmelder: WACKER-CHEMIE GMBH. Prinzregentenstrasse 22
D-8000 München 22(DE)

(2) Erfinder: Huhn, Karl, Dr. Dipl.-Chem. Bachstrasse 16 D-8263 Burghausen(DE)

Erfinder: von Au, Günter, Dr. Dipl.-Chem. Rua Regina Bodra 105 Jardim dos Estados 04641 Sao Paulo(BR)

(54) Verfahren zur Imprägnierung von Textilien aus organischen Fasern.

(57) Bei der Imprägnierung von Textilien aus organischen Fasern durch Auftragen von vernetzbarem Diorganopolysiloxan, Organopolysiloxan mit mindestens 3 Sigebundenen Wasserstoffatomen je Molekül und Vernetzungskatalysator auf die zu imprägnierenden Textilien und in bekannter Weise erfolgende Vernetzung vom vernetzbaren Diorganopolysiloxan wird auf die zu imprägnierenden Textilien zusätzlich Organo-(poly)siloxan mit 1 oder 2 Sigebundenen Wasserstoffatom (en) und 2 bis 8 Siliciumatomen je Molekül aufgetragen, wobei die Mitverwendung von Füllstoff mit einer Oberfläche von mindestens 50 m²/g in Mengen über 1 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der jeweils eingesetzten Organosiliciumverbindungen, ausgeschlossen lst.



## EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

84 11 0814

	<u> </u>				EL 04 11 00
	EINSCHLÄGI(	GE DOKUMEN	TE		
Kategoric	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, sowe der maßgeblichen Teile		it erforderlich, Betrifft Anspruch		KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.4)
D,Y	US-A-4 013 611 (H * Ansprüche; Spalte Spalte 5, Zeile 10 1-5 *	e 3, Zeile 57		1	D 06 M 15/643 C 08 L 83/04
D,A	US-A-3 697 473 (PC * Ansprüche *	OLMANTEER et	al.)	1.	
D,A	US-A-4 057 596 (TA * Ansprüche *	AKAMIZAWA)		1	
D,Y	US-A-4 154 714 (HG * Ansprüche *	OCKEMEYER)		1	
			•		
	÷				• •
					RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.4)
		ф * *			D 06 M C 08 L
	·				
*	,			i	
			•		,
				·	
		<i>:</i>			, <del></del> -
Der ve	orliegende Recherchenbericht wur	de für alle Patentansp	rüche erstellt		
			m der Recherche	·	Profer
DI	EN HAAG	06-09-	.1388	HELL	EMANS W.J.R.
X:von Y:von and A:tecl	KATEGORIE DER GENANNTEN  besonderer Bedeutung allein betract besonderer Bedeutung in Verbindun leren Veröffentlichung derselben Kan- hnologischer Hintergrund	ntet g mit einer egorie	T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E: älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D: in der Anmeldung angeführtes Dokument L: aus andern Gründen angeführtes Dokument		
O:nic	htschriftliche Offenbarung ischentiteratur		&: Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument		